

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

GRINDING WHEEL AND ITS MANUFACTURE

3

Patent Number: JP10337669
Publication date: 1998-12-22
Inventor(s): TODAKA HIDEHIRO; SAWAGUCHI MASA HARU; YOSHIDA HIDEO; ANDO TOSHIHIRO
Applicant(s):: GIFU PREF GOV; ANDO MICHIIRO
Requested Patent: ☐ JP10337669
Application Number: JP19970147861 19970605
Priority Number(s):
IPC Classification: B24D3/00 ; B24D3/00 ; B24D3/02
EC Classification:
Equivalents:

Abstract

PROBLEM TO BE SOLVED: To improve the density and to secure the strength by increasing the dispersing property and the conformity of the abrasive grain and to allow to suppress a grinding burn, a blinding, a scratch, and the like, in the grinding, the rubbing, the polishing, and the like.
SOLUTION: In this grinding wheel, the whole body is composed only of sintered bodies of minute inorganic abrasive grains 0.02 to 2 μ m, and no binder is added practically. As the manufacturing method of this grinding wheel, at first, a slurry is manufactured by adding the cesium oxide powder the alumina powder, water, and the polycarboxylic acid type ammonium salt as a dispersing agent. After the obtained slurry is molded into a specific form by a coating molding, a pressurizing molding, or the like, it is dried and baked. In this case, it is desirable to control the conditions of the abrasive grains, the dispersing agent, the water volume, and the like, depending on the object using the grinding wheel. Furthermore, an inorganic grain, a carbon grain, an inorganic solvent, and the like may be added as necessary.

Data supplied from the esp@cenet database - 12

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-337669

(43)公開日 平成10年(1998)12月22日

(51)Int.Cl. ⁸		識別記号		F I		
B 2 4 D	3/00	3 2 0		B 2 4 D	3/00	3 2 0 A
		3 4 0				3 4 0
	3/02				3/02	Z

審査請求 有 請求項の数3 O L (全 5 頁)

(21)出願番号 特願平9-147861

(22)出願日 平成9年(1997)6月5日

(71)出願人 391016842

岐阜県

岐阜県岐阜市藪田南2丁目1番1号

(71)出願人 597079005

安藤 通廣

岐阜県土岐市下石町2005番地 岐阜製砥内

(72)発明者 戸高 栄弘

岐阜県多治見市下沢町4-41-2

(72)発明者 澤口 正治

岐阜県多治見市明和町4-5-651

(72)発明者 吉田 英穂

愛知県春日井市白山町2-16-16

(74)代理人 弁理士 恩田 博宣

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 砥石及びその製造方法

(57)【要約】

【課題】 砥粒の分散性や均一性を高めることにより、密度を向上させ、強度を確保することができ、研削、研磨、ポリッシング等において、研磨焼け、目詰まり、スクラッチ等を抑制できる砥石及びその製造方法を提供する。

【解決手段】 砥石は、砥石全体が0.02~2μmの微細な無機砥粒の焼成体のみで構成されていて、結合剤が実質的に無添加のものである。この砥石の製造方法としては、まず酸化セリウム粉末、アルミナ粉末、水及び分散剤としてポリカルボン酸アンモニウム塩を加えてスラリーを作製する。得られたスラリーを鋳込成形法又は加圧成形法等で所定形状に成形後、乾燥、焼成する。このとき、砥石を使用する対象物ごとに砥粒、分散剤、水量等の条件をコントロールすることが望ましい。さらに、必要に応じて、有機物粒、炭素粒、有機溶媒等の添加を行ってもよい。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 無機砥粒の焼成体のみにより構成した砥石。

【請求項2】 前記無機砥粒の粒径が $0.02\sim 2\mu\text{m}$ の場合における収縮率を2.5%以下に設定した請求項1に記載の砥石。

【請求項3】 焼成により消失する分散剤を含有する無機砥粒を鑄込成形法又は加圧成形法により所定形状に成形し、その成形物を乾燥後、焼成する砥石の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】この発明は、多種類の研削、研磨又はポリッシングの対象物に使用することを目的とした砥石及びその製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】半導体の素材として使用されるシリコンウエハー等の表面研磨やポリッシングには無機砥粒そのものを供給する、いわゆる遊離砥粒による方法が行われている。また、その他の研削や研磨には、結合剤（バインダー）により無機砥粒を固定化した固定砥石による方法が行われている。この固定砥石には例えば、熔融アルミナ、炭化ケイ素等の無機砥粒を長石等の無機質の結合剤により 1300°C 以下で焼成したビトリファイド砥石と、無機砥粒をフェノール樹脂等の有機質の結合剤により 300°C 以下で結合したレジノイド砥石と、金属を結合剤に用いてダイヤモンドや立方晶窒化ホウ素（cBN）を焼成した砥石とに分けられる。

【0003】これらの方法は、常に対象物に適した仕上げ精度、経済性等を考慮して最適条件を見出すための検討がなされてきた。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】ところが、前記遊離砥粒による方法においては、表面研磨やポリッシングの際、砥粒が容易に流れ出すことから、砥粒の使用量が多いといった経済的見地からの問題、研磨を行った際に生ずる砥粒の飛散等の職場環境の問題、濁度の高い廃水の清澄化という廃水処理における問題といった種々の問題があった。

【0005】一方、従来の固定砥石は砥粒が結合剤を介して固定状態で形成されていることから、その結合剤による目詰まりや研磨焼けが多い。さらに、無機物や有機物等の結合剤による固定砥石の製造においては、超微粉砥粒（ $0.02\sim 15\mu\text{m}$ ）を使用する場合砥粒の均一分散化が極めて困難である。つまり、硬い砥石を製造する場合、結合剤が多く必要とされ、相対的に砥粒が少なくなると砥粒の分散性が低下する。また、砥粒が微粉の場合、結合剤の粒径が砥粒の粒径より大きくなると砥粒の粒子間に結合剤が介在する構造を取り得ず、砥粒の機能を実質的に果たすことができなくなる。その上、異なる種類の砥粒の粉末の調合においては均一に混合しにくく、乾燥収縮率が大い

く、乾燥収縮率が大い。しかも、砥粒粉末と結合剤の混合に際しても結合剤の使用量が多いなどという問題があった。

【0006】加えて、これら従来の方法によって製造した砥石は、研削又は研磨が施された被研磨物の表面に研磨傷が付くスクラッチ、削り屑が砥石使用面に熔着して研削能力が低下する目詰まり及び砥石の目がつぶれる研磨焼け等が発生するという問題があった。

【0007】この発明は、このような従来技術に存在する問題に着目してなされたものである。その目的とするところは、砥粒の分散性や均一性を高めることにより、密度を向上させ、強度を確保することができ、研削、研磨、ポリッシング等において、研磨焼け、目詰まり、スクラッチ等を抑制できる砥石及びその製造方法を提供することにある。

【0008】この発明のその他の目的は、研削、研磨工程において、精度の向上、より高度な鏡面化、砥粒の飛散を減少させて作業環境の向上を達成することができるとともに、製造コストの低減を図ることができる砥石及びその製造方法を提供することにある。

【0009】

【課題を解決するための手段】上記の目的を達成するために、請求項1に記載の発明の砥石は、無機砥粒の焼成体のみにより構成したものである。

【0010】請求項2に記載の発明は、請求項1に記載の砥石において、収縮率を1.0%以下に設定したものである。請求項3に記載の発明の砥石の製造方法は、焼成により消失する分散剤を含有する無機砥粒を鑄込成形法又は加圧成形法により所定形状に成形し、その成形物を乾燥後、焼成するものである。

【0011】

【発明の実施の形態】以下、この発明の実施形態について詳細に説明する。砥石は、実質上無機砥粒の焼成体のみにより構成されている。この砥石の製造方法は、まず、研削、研磨又はポリッシング対象物との適合性を考慮して選択された無機砥粒原料に対し、水及び分散剤又はアルコール、キシレン等の有機溶剤と分散剤が添加されて、砥粒が分散状態にあるスラリーが作製される。なお、ポリッシングは、鏡面研磨などの研磨精度の高い研磨をいう。

【0012】このスラリーは、ボールミルを使用して混合、攪拌され、スラリー中の無機砥粒粒子が均一に分散化される。そして、スラリーは、真空状態において脱気、攪拌後、鑄込成形法又は加圧成形法で所定形状に成形される。次いで、その成形物は、乾燥された後、焼成により形状が固定化され、所望とする砥石が製造される。

【0013】前記砥石に使用される無機砥粒原料は、研削、研磨又はポリッシング対象物との適合性を考慮して選択される。具体的には、ダイヤモンドをはじめとし、

炭化ホウ素 (B_4C)、立法晶窒化ホウ素 (cBN)、窒化ホウ素 (BN)、炭化チタン (TiC)、ホウ化チタン (TiB)、酸化アルミニウム (Al_2O_3)、酸化チタン (TiO_2)、炭化ジルコニウム (ZrC)、炭化ニオブ (NbC)、炭化タンタル (TaC)、炭化クロム (Cr_3C_2)、窒化ケイ素 (Si_3N_4)、酸化ジルコニウム (ZrO_2)、窒化アルミニウム (AlN)、窒化タンタル (TaN)、酸化ケイ素 (SiO_2)、酸化イットリウム (Y_2O_3)、炭化ケイ素 (SiC)、酸化第2鉄 (Fe_2O_3)、酸化セリウム (CeO_2)、酸化バリウム (BaO)、酸化クロム (CrO_2) 及び骨灰 ($3CaO \cdot P_2O_5$) 等が挙げられる。

【0014】無機砥粒原料はこれらの化合物のうちから1種又は2種以上が適宜選択して使用される。この場合、酸化セリウム、酸化イットリウム等の希土類元素を含有していることが、得られる砥石が比較的軟らかく、研磨対象物を傷付けおそれが少ないために望ましい。この無機砥粒原料の粒径は、 $0.02 \sim 15 \mu m$ の超微粉から微粉に相当する範囲内であることがポリッシングなどを行うために望ましい。

【0015】前記分散剤は、砥粒を分散させて安定なスラリーを作るために、ポリカルボン酸アンモニウム塩を主成分とするものが好ましく用いられる。分散剤の添加量は、研削、研磨ポリッシング対象物に対応させて変更される。なお、この分散剤は、焼成時、 $550^\circ C$ 付近で消失する。

【0016】前記水の添加量は、研削、研磨又はポリッシング対象物に対応させて、スラリー中に $10 \sim 30$ 重量%の範囲内で調整される。前記ボールミルは、スラリーの混合、攪拌のために使用される。このとき、ボールミルの条件は、無機砥粒粒子の均一分散、流動性及び成形時の密度を考慮し、ボールの材質、径、重量等が選択される。

【0017】前記鑄込成形法は、溶媒を $10 \sim 30$ 重量%含有するスラリーを使用し、石膏型を用いて成形する方法である。前記加圧成形法は、溶媒 $10 \sim 30$ 重量%に仕上げられたスラリーに対して、さらに $30 \sim 55$ 重量%の濃度になるまで溶媒で希釈し、圧縮性又は加圧作業性の向上と、生強度、焼結体強度の向上を図るための消泡剤、滑剤、保型剤等が添加される。これらを混合攪拌後にスプレードライヤーにて $150 \sim 230^\circ C$ で数秒間加熱乾燥することにより、造粒が行われる。その後、それら顆粒を成形型に入れ、 $50 \sim 1000 kg/cm^2$ の範囲の圧力で加圧することにより、所望形状の成形物が得られる。この加圧成形法においては、大型のものの生産が容易でないため、通常は、鑄込成形法により成形作業を行う。

【0018】前記乾燥方法としては、成形物から水分を除去するため、トンネル窯の排ガス、赤外線、高周波等

の熱源により、箱体、トンネル式、通気バンド式の乾燥機を使用して行われる。

【0019】前記焼成方法は、成形物を仮仕上げ後、 $600 \sim 1800^\circ C$ まで $5 \sim 48$ 時間で昇温し、さらに同温度で $1 \sim 10$ 時間保持し、焼成させるものである。実施形態における砥石は、シリコンウェハー、フェライト、サファイヤ等のポリッシングに好適に使用される。その場合、無機砥粒としては、酸化セリウム (CeO_2)、酸化ケイ素 (SiO_2)、炭酸バリウム ($BaCO_3$)、酸化チタン (TiO_2) 及び酸化アルミニウム (Al_2O_3) 等の1種又は2種以上が適宜選択して使用される。また、焼成温度は $600 \sim 1200^\circ C$ の範囲に設定される。

【0020】以上のようにして製造される砥石は、従来の結合剤を含有していないことから、その収縮率、すなわち焼成前の成形物の重量に対する焼成後の砥石の重量の比率は、砥粒の粒径が $0.02 \sim 2 \mu m$ の場合、 2.5% 以下という小さい値に設定される。また、砥粒の粒径が $2 \sim 15 \mu m$ の場合、 1.0% 以下というさらに小さい値に設定される。このように、砥石の収縮率が小さいため、所定形状に成形された砥石の形状を維持することができる。

【0021】以上のように、この実施形態によれば、次のような効果が発揮される。

- ・ 実施形態の砥石においては、焼成後に残存する結合剤を使用せず、焼成により消失する分散剤を使用して無機砥粒が均一に分散される。このため、得られる砥石は実質上無機砥粒の焼成体のみで形成され、密度が高く、必要な強度を確保することができる。従って、対象物に対応した無機砥粒を選択することにより、研磨時における砥石の目がつぶれる研磨焼け、目詰まり及び砥石による引っ掻き傷であるスクラッチの発生を大幅に減少させることができる。

- ・ 実施形態の砥石においては、無機砥粒が焼成後に残存する結合剤により結合されるものではなく、無機砥粒が互いに結合して固定化した状態になっていることから、研磨作業を行う場合に砥粒の飛散を減少させることができ、その周辺環境を清浄に保つことができる。

- ・ 実施形態の砥石においては、上記のように無機砥粒が互いに結合して固定化した状態になっていることから、砥石の摩耗が少なく、結果として砥石の消費量を削減でき、製造コストの低減を図ることができる。

- ・ 実施形態の砥石においては、原料の調整、焼成温度等を制御することにより、得られる砥石を所望の吸水性や、硬さに調整できる。

- ・ 実施形態の砥石においては、微粉末の無機砥粒を使用したり、異なった種類のスラリーを混合したりすることにより、使用目的に合った組成や種類を有する新しいスラリーを作製することができる。

- ・ 実施形態の砥石においては、特に微粉末の無機砥粒

すなわち粒径が $0.02 \sim 2 \mu\text{m}$ の場合、収縮率を2.5%以下という小さい値に設定でき、粒径が $2 \sim 15 \mu\text{m}$ の場合、収縮率を1.0%以下というさらに小さい値に設定できる。このため、砥石を所定の形状に成形できるとともに、その形状を長期間にわたって維持することができる。

実施形態の砥石においては、焼成により消失する分散剤により流動性の極めて良いスラリーを得ることができるため、無機砥粒粒子のうち大きなものが粒子相互の摩擦により順次微粒子になる。そのため、鑄込成形時に、最密充填に極めて近い状態の成形体を得ることができる。

実施形態の砥石においては、無機砥粒粉末が均一に分散するとともに、微細であることにより、砥石の密度をより高く、焼成温度により硬さ及び強度を研磨対象物に応じて適切に調整することができる。

実施形態の砥石においては、緻密な焼結体を容易に得ることができるとともに、焼成工程において、一般的な焼成後の硬さは昇温や保持時間により自由に制御することができる。

実施形態の砥石は、吸水率を $5 \sim 40\%$ 、見掛け気孔率を $5 \sim 60\%$ 、好ましくは $20 \sim 60\%$ の範囲に設定することができ、さらに多孔質の砥石を必要とする場合には、使用する原料の種類により吸水率を高めることが可能で、吸水性を有する砥石として有用である。

【0022】

【実施例】以下、実施例により、前記実施形態をさらに具体的に説明する。

（実施例1）平均粒径 $0.6 \mu\text{m}$ の酸化アルミニウム（ Al_2O_3 ）粉末 8320g に蒸留水 1680g 、ポリカルボン酸アンモニウム塩を主成分とする分散剤（中京油脂製 セルナD-305） 60g 、さらに直径 5mm のジルコニア（ ZrO_2 ）ボール 6920g を加えたものを、 10リットル のポリエチレン製ボールミル容器に入れた。これを、 48 時間混合、攪拌し、さらに真空中で脱気及び攪拌を行いスラリーを作製した。

【0023】このスラリーの粘度を、東京計器（株）のB型粘度計で測定したところ（測定時の温度 15.6°C ）、見掛け粘度が 1100cps で、 pH は 9.17 であった。

【0024】さらに、得られたスラリーを石膏型（ $65 \times 65 \times 6.8 \text{cm}$ ）を用いて鑄込成形を行った。これを、乾燥後、 1000°C まで 14 時間で昇温し、さらに同温度で 1 時間保持する方法で焼成した。

【0025】このとき、焼成による収縮率は、わずか 0.3% 以下で、焼成体の嵩比重は 2.584 、見掛け気孔率は 33.3% 、吸水率は 12.8% となり、良好な特性を有する砥石を作製することができた。

（実施例2）平均粒径 $0.9 \mu\text{m}$ の酸化セリウム（ CeO_2 ）粉末 3225g に対して、平均粒径 $0.6 \mu\text{m}$ の

酸化アルミニウム（ Al_2O_3 ）粉末 1075g 、蒸留水 700g 、ポリカルボン酸アンモニウム塩を主成分とする分散剤（中京油脂製 セルナD-305） 40g 、直径 5mm ジルコニア（ ZrO_2 ）ボール 5100g を加えたものを、 5リットル のポリエチレン製ボールミル容器に入れた。これを、 48 時間混合、攪拌を行いスラリーを作製し、真空中で脱気、攪拌した。

【0026】実施例1と同様の方法でスラリーの粘度を測定した結果、見掛け粘度 440cps 、 pH は 9.50 であった（測定温度 16°C ）。このスラリーを実施例1と同様にして、鑄込成形を行った。次いで、乾燥後、 900°C まで 14 時間で昇温し、さらに同温度で 1 時間保持する方法で焼成した。その結果、砥石の収縮率は 0.22% 以下、嵩比重 3.601 、見掛け気孔率 35.28% 、吸水率は 9.70% となった。

（実施例3）平均粒径 $0.9 \mu\text{m}$ の酸化セリウム（ CeO_2 ）粉末 3225g に対して、平均粒径 $0.6 \mu\text{m}$ の酸化アルミニウム（ Al_2O_3 ）粉末 1075g 、蒸留水 700g 、ポリカルボン酸アンモニウム塩を主成分とする分散剤（中京油脂製 セルナD-305） 37g 、直径 5mm のジルコニア（ ZrO_2 ）ボール 5100g を加えたものを、 5リットル のポリエチレン製ボールミル容器に入れた。これを 48 時間混合、攪拌を行いスラリーを作成した。さらに、真空中で脱気及び攪拌した。

【0027】このスラリー（見掛け粘度 1300cps 、 pH は 9.37 、測定温度 14°C ）に対して、胡桃（くるみ）殻粒（平均粒径 $120 \mu\text{m}$ ） 500g を添加、混合したものを、さらに真空中で脱気、攪拌後、鑄込成形した。

【0028】得られた成形体を乾燥後、 900°C まで 14 時間で昇温し、さらに同温度で 1 時間保持する方法で焼成したところ、収縮率は 0.25% 以下、嵩比重 1.993 、見掛け気孔率 44.90% 、吸水率は 21.90% の砥石が得られた。

【0029】従って、有機物としての胡桃殻粒を混合することにより、吸水率を自由にコントロールできることが実証できた。なお、確認的実験として、従来のラッピングマシンに各実施例の砥石を取付け、前処理加工で 1.0S 表面粗さに仕上げた、サファイヤ、シリコンウエハー、フェライトの各製品を、通常の条件で研磨を行った。その結果、表面粗さ（ R_a ）が 3nm 程度と細くなり、極めて高精度の研磨が行えることを確認した。

【0030】なお、前記実施形態を次のように変更して具体化することも可能である。

・ 前記分散剤として、ポリアクリル酸のアンモニウム塩、ポリマレイン酸のアンモニウム塩等を使用すること。

【0031】これらの分散剤を使用すれば、無機砥粒を均一に分散させることができると同時に、焼成後には消失させることができる。さらに、前記実施形態より把握

される技術的思想について以下に記載する。

・ 前記無機砥粒の粒径が $2\sim 15\mu\text{m}$ である請求項1に記載の砥石。

【0032】このように構成した場合、砥石を前加工用や一般研磨用の砥石として好ましく使用することができる。

・ 前記無機砥粒の粒径が $0.02\sim 2\mu\text{m}$ である請求項1に記載の砥石。

【0033】このように構成した場合、従来の研磨用砥石よりも、極めて高精度の研磨を行うことができ、鏡面研磨用の砥石として好適である。

・ 前記無機砥粒は希土類元素を含有するものである請求項1又は請求項2に記載の砥石。

【0034】このように構成した場合、得られる砥石の密度や強度等の性能を研磨対象物に適切に対応させることができる。

・ 前記分散剤は、ポリカルボン酸アンモニウム塩を主成分とするものである請求項3に記載の砥石の製造方法。

【0035】このように構成した場合、砥粒を均一に分散することができ、砥石を効率良く製造することができる。

・ 前記無機砥粒を2種以上で構成した請求項1又は請求項2に記載の砥石。

【0036】このように構成した場合、各無機砥粒の性能を補完でき、目的に合った性能を備えた砥石を得ることができる。

【0037】

【発明の効果】以上詳述したように、この発明によれば次のような効果を奏する。請求項1に記載の発明の砥石によれば、砥粒の分散性や均一性を高めることにより、密度や強度を向上させることができ、研削、研磨等において、研磨焼け、目詰まり、スクラッチ等を抑制することができる。さらに、研削、研磨工程において、精度の向上、より高度な鏡面化、砥粒の飛散を減少させて作業環境の向上を達成することができるとともに、製造コストの低減を図ることができる。

【0038】請求項2に記載の発明の砥石によれば、収縮率を2.5%以下に設定したことから、砥石を所定の形状に容易に形成することができるとともに、その形状を保持することができる。

【0039】さらに、請求項3に記載の発明の砥石の製造方法によれば、鑄込成形法又は加圧成形法等で成形し、焼成により固定化するため、砥粒の使用量、職場環境、排水処理といった問題を解決することができるとともに、所望の性能を有する砥石を容易に製造することができる。

フロントページの続き

(72)発明者 安藤 俊広
岐阜県土岐市下石町2388-1